



200012874

(19)

(11) Publication number:

Generated Document.

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(21) Application number: 10302256

(51) Int'l. Cl.: A61K 7/06 C11D 1/62

(22) Application date: 23.10.98

(30) Priority:

(43) Date of application publication: 09.05.00

(84) Designated contracting states:

(71) Applicant: KAO CORP

(72) Inventor: TERASAKI HIROYUKI
FUJIO AKIRA
NISHIYAMA NAOHIRO
YAMANE HIDEFUMI
FUKUHARA KAZUHISA
ONIZUKA SATOSHI

(74) Representative:

(54) HAIR COSMETIC

(57) Abstract:

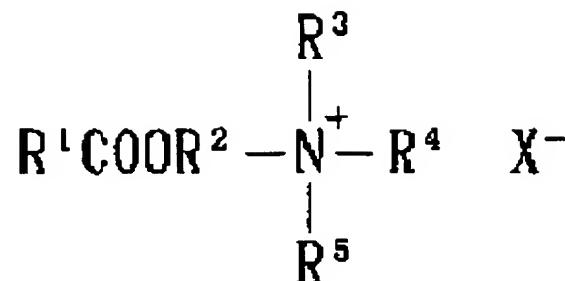
PROBLEM TO BE SOLVED:

To obtain a hair cosmetic containing a cationic surfactant having excellent biodegradability and capable of giving good flexibility, etc., to hair by adding the specific cationic surfactant, a higher alcohol and a silicone.

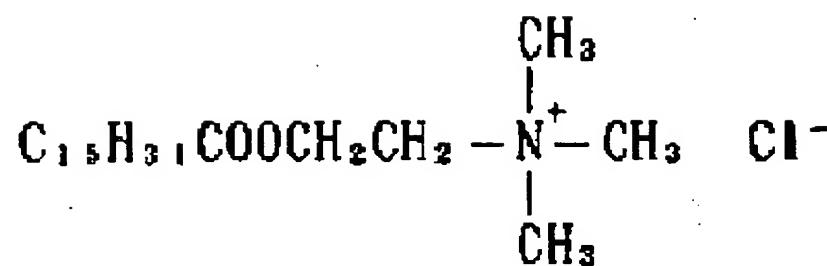
SOLUTION: This hair cosmetic contains (A) a cationic surfactant of formula I (R₁ is a 7-37C alkyl or an alkenyl; R₂ is a 2-5C alkylene; R₃-R₅ are each a 1-4C alkyl, an alkenyl or a hydroxyalkyl; X⁻ is an anion) (for example, a compound of formula II), (B) a higher alcohol (for example,

Best Available Copy

cetylalcohol), and (C) a silicone. Examples of the component C includes methylphenylpolysiloxane, an amino-modified silicone, a fatty acid-modified polysiloxane, an alcohol-modified silicone, an aliphatic alcohol-modified polysiloxane, an epoxy-modified silicone and a fluorine-modified silicone.



COPYRIGHT: (C)2000,JPO



II

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開2000-128740
(P2000-128740A)

(43)公開日 平成12年5月9日(2000.5.9)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	マークコード(参考)
A 61 K 7/06		A 61 K 7/06	4 C 0 8 3
C 11 D 1/62		C 11 D 1/62	4 H 0 0 3
// C 11 D 3/20		3/20	
3/37		3/37	

審査請求 未請求 請求項の数1 O L (全8頁)

(21)出願番号 特願平10-302256
 (22)出願日 平成10年10月23日(1998.10.23)

(71)出願人 000000918
 花王株式会社
 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
 (72)発明者 寺▲崎▼ 博幸
 和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研究所内
 (72)発明者 藤生 明
 和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研究所内
 (74)代理人 100063897
 弁理士 古谷 鑿 (外3名)

最終頁に続く

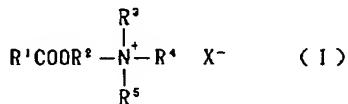
(54)【発明の名称】毛髪化粧料

(57)【要約】

【課題】生分解性に優れた陽イオン界面活性剤を含有し、毛髪に対して良好な柔軟性、平滑性、更にしっとり感やさらさら感を付与することができる毛髪化粧料の提供。

【解決手段】一般式(I)で表される陽イオン界面活性剤、高級アルコール、及びシリコーン類を含有する毛髪化粧料。

【化1】

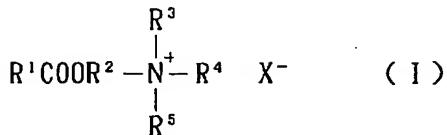


〔式中、R¹は炭素数7~37の直鎖もしくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、R²は炭素数2~5の直鎖もしくは分岐鎖のアルキレン基、R³、R⁴及びR⁵は同一又は異なるて、炭素数1~4の直鎖もしくは分岐鎖のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基を示し、X⁻は陰イオンを示す。〕

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a) 一般式(I)で表される陽イオン界面活性剤

【化1】



(式中、R¹は炭素数7～37の直鎖もしくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、R²は炭素数2～5の直鎖もしくは分岐鎖のアルキレン基、R³、R⁴及びR⁵は同一又は異なるて、炭素数1～4の直鎖もしくは分岐鎖のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基を示し、X⁻は陰イオンを示す。)

(b) 高級アルコール

(c) シリコーン類

を含有する毛髪化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は微生物による分解性が良好な陽イオン界面活性剤を含有し、かつ毛髪に対して良好な柔軟性や平滑性、更にしつとり感やさらさら感を付与する上で優れた効果を発揮する毛髪化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】毛髪化粧料には、毛髪に対して柔軟性や平滑性を付与することが求められており、陽イオン界面活性剤として、ステアリルトリメチルアンモニウムクロライド、ベヘニルトリメチルアンモニウムクロライド、ジセチルジメチルアンモニウムクロライド等の長鎖アルキル基を有する四級アンモニウム塩が用いられているが、微生物による分解性（以下「生分解性」という）に乏しい欠点を有している。消費者は、環境に優しいものを求める傾向にあり、生分解性に優れる基剤が求められている。

【0003】陽イオン界面活性剤として、エステル基を有する化合物を毛髪化粧料に用いることが、特公昭62-8105号、特公昭62-8106号、特公昭62-8103号各公報に記載されているが、これらの公報には生分解性については全く示唆されていない。また、これらはいずれも陽イオン界面活性剤と動植物油脂や高級アルコールとの組み合わせを開示しているだけであり、この場合温潤時の感触は良好であるが、乾燥時の感触、特にさらさら感といった点では良好な性能が得られていない。

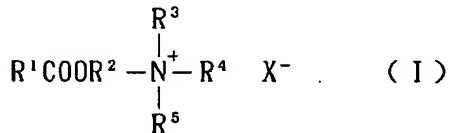
【0004】本発明の課題は、生分解性に優れた陽イオン界面活性剤を含有し、毛髪に対して良好な柔軟性、平滑性、更にしつとり感やさらさら感を付与することができる毛髪化粧料を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、特定の陽イオン界面活性剤が良好な生分解性を有し、高級アルコール及びシリコーンと共に用いることによって毛髪に対して良好な柔軟性、平滑性やしつとり感、さらさら感を付与できることを見出し、完成された。すなわち本発明は、(a) 一般式(I)で表される陽イオン界面活性剤

【0006】

【化2】



【0007】(式中、R¹は炭素数7～37の直鎖もしくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、R²は炭素数2～5の直鎖もしくは分岐鎖のアルキレン基、R³、R⁴及びR⁵は同一又は異なるて、炭素数1～4の直鎖もしくは分岐鎖のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基を示し、X⁻は陰イオンを示す。)

(b) 高級アルコール

(c) シリコーン類

を含有する毛髪化粧料である。

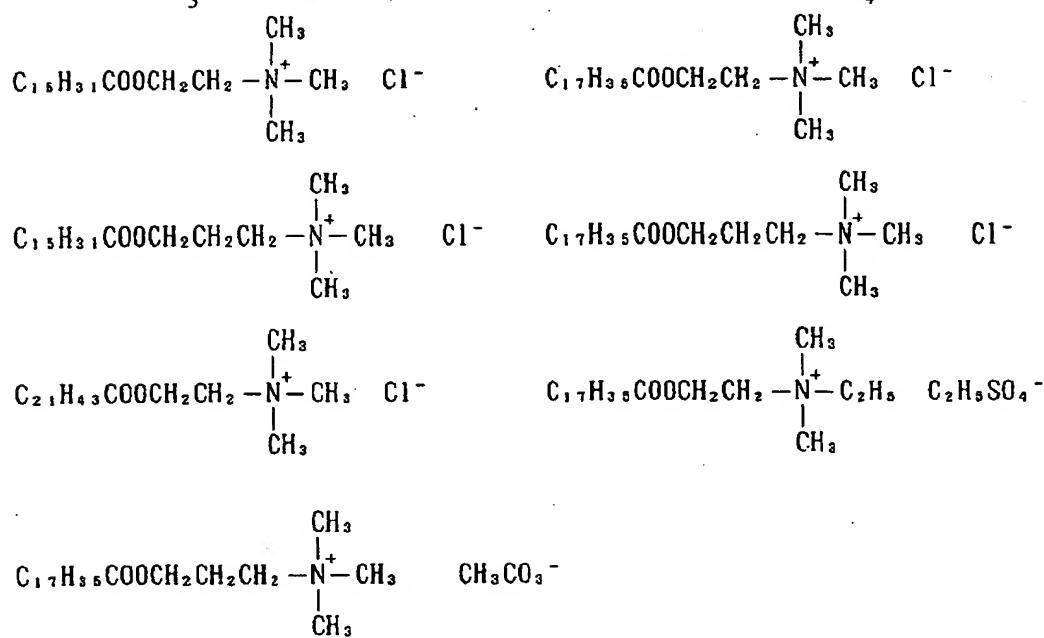
【0008】

【発明の実施の形態】本発明で用いられる(a)成分の陽イオン界面活性剤において、R¹は炭素数7～21、特に炭素数11～18の直鎖もしくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基が好ましい。R²はエチレン基、n-ブロピレン基が好ましい。R³、R⁴及びR⁵はメチル基、エチル基、ヒドロキシエチル基、ヒドロキシプロピル基が好ましい。X⁻で示される陰イオンとしては、Cl⁻、Br⁻等のハロゲンイオン、炭素数1～5のアルキルサルフェートイオン(CH₃SO₄⁻、C₂H₅SO₄⁻、C₃H₇SO₄⁻等)、アルキル炭酸イオン(CH₃CO₃⁻)等を挙げることができ、Cl⁻、Br⁻、CH₃SO₄⁻、C₂H₅SO₄⁻、CH₃CO₃⁻が好ましい。

【0009】(a)成分の陽イオン界面活性剤の好ましい具体例として、次の化合物が挙げられる。

【0010】

【化3】



【0011】(a) 成分の陽イオン界面活性剤は、脂肪酸とアミノアルコールを反応させてアルキルエステル三級アミンを得、これをアルキルハライド等の四級化剤で四級化することにより得られる。

脂肪酸とアミノアルコールの反応モル比は、アミノアルコール／脂肪酸=1.0～3.0が好ましく、1.0～2.0が更に好ましい。この時の反応温度は150～250℃が好ましく、180～200℃が更に好ましい。脂肪酸とアミノアルコールは、一度に仕込み、昇温後、熟成することも可能であるが、昇温した脂肪酸にアミノアルコールを滴下する方法で行うことで、より反応性を高めることができ。純度の高いアルキルエステル三級アミンを得ることができる。また、硫酸、パラトルエンスルホン酸等の酸触媒を用いることで、短時間でより効率的に反応を行うこともできる。アルキルエステル三級アミンは、特公昭62-8105号公報に記載されているように脂肪酸クロライドとジメチルエタノールアミンを反応させる方法によつても得ることが可能である。

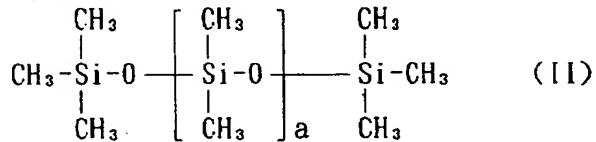
【0012】本発明の(b)成分の高級アルコールとしては、直鎖もしくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基を有する高級アルコール類、好ましくは炭素数12～26の直鎖もしくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基を有する高級アルコール、更に好ましくはセチルアルコール、ステアリルアルコール、アラキルアルコール、ベヘニルアルコール、カラナービルアルコール、セリルアルコール等の高級アルコールが挙げられ、特にセチルアルコールが好ましい。

【0013】本発明の(c)成分のシリコーン類としては、例えば次の(A)～(K)が挙げられる。

(A) 下記式(I)で表されるジメチルポリシリコサン

【0014】

20 【化4】



【0015】(式中、aは3～20000の数を示す。)

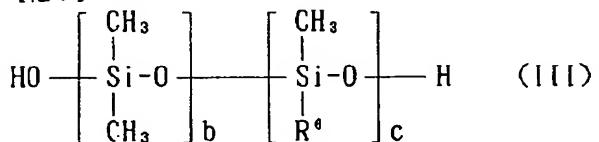
(B) メチルフェニルポリシリコサン

(C) アミノ変性シリコーン

特に好ましいアミノ変性シリコーンは一般式(III)で表されるものである。

【0016】

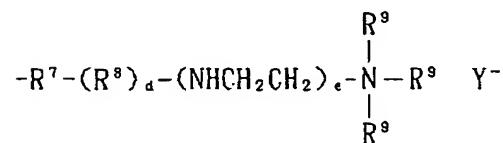
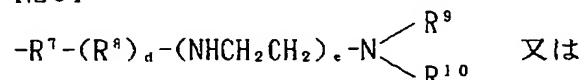
【化5】



【0017】(式中、R⁶は

【0018】

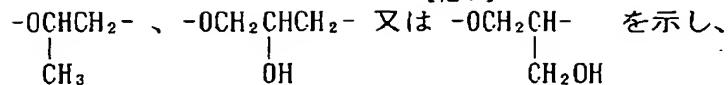
40 【化6】



【0019】(式中、R⁷は2価の炭化水素基を示し、R⁸

50 は-OCH₂CH₂-、

【0020】



【0021】R⁹及びR¹⁰は水素原子又は1価の炭化水素基を示し、d及びeは0~6の整数を示し、Y⁻はハロゲンイオン又は有機アニオンを示す)で表されるアミノアルキル基を示す。b及びcは分子量に依存する整数を示す。)

さらに好ましいものは、R⁶が-(CH₂)₃-NH-(CH₂)₂-NH²で、平均分子量が約3000~100000のもの〔アモジメチコーン(Amodimethicone)〕である。

【0022】上記のアミノ変性シリコーンは水性乳濁液として用いることが好ましく、該水性乳濁液は、例えば特公昭56-38609号公報に記載されている方法に従って、環状ジオルガノポリシロキサンとオルガノジアルコキシランとを、四級アンモニウム塩系界面活性剤及び水の存在下に乳化重合することにより得られる。また、上記アミノ変性シリコーンを水性乳濁液として用いる場合、該水性乳濁液中に含有されるアミノ変性シリコーンの量は20~60重量%が好ましく、30~50重量%が更に好ましい。好ましいアミノ変性シリコーン水性乳濁液としては、SM8704C(トーレ・シリコーン株式会社製)やDC939(ダウ・コーニング株式会社製)等が挙げられる。

【0023】(D) 脂肪酸変性ポリシロキサン、(E) アルコール変性シリコーン、(F) 脂肪族アルコール変性ポリシロキサン、(G) ポリエーテル変性シリコーン、(H) エボキシ変性シリコーン、(I) フッ素変性シリコーン、(J) 環状シリコーン、(K) アルキル変性シリコーン。

【0024】これらのシリコーン類において、リンス、コンディショナー等のすすぎ流すタイプの毛髪化粧料の場合には、上記(A)〔尚、式(I)中、aは仕上がりの目的に応じて、3~20000まで選択できるが、軽い仕上がりのタイプとしては100~1000が好ましい〕、(C)、(F)、(G)及び(J)が好ましい。また、ヘアクリーム、リープオントリートメント等のすすぐないタイプの毛髪化粧料の場合には、上記(A)〔尚、油性感の低減という目的のためには、式(I)中、aが2000~8000のものが好ましい〕、(B)、(C)、(G)及び(J)が好ましい。

【0025】本発明の毛髪化粧料中の(a)成分の含有量は0.1~20重量%が好ましく、1~10重量%がより好ましい。0.1重量%以上で良好な感触が得られ、20重量%以下では保存時における沈殿、固化、分層等の製品の安定性上の問題がない。(b)成分の含有量は0.1~30重量%が好ましく、1~20重量%がより好ましい。0.1重量%以上で高級アルコール特有の柔軟性、しっとり感が發揮され、30重量%以下では製品の安定性上の問題がない。(c)成分の含有量は0.01~20重量%が好ましく、0.

【化7】

1~10重量%がより好ましい。0.01重量%以上でシリコーン特有の感触が發揮され、20重量%以下では製品の安定性上の問題がない。

【0026】本発明の毛髪化粧料中の(a)成分と(b)成分の割合は、アルコールの乳化安定性の観点から、(a) / (b)(重量比)=10/1~1/10が好ましく、1/1~1/10が更に好ましい。また(a)成分と(b)成分の和と(c)成分との割合は、製品安定性の観点から、[(a)+(b)]/(c)(重量比)=10/1~1/10が好ましく、10/1~1/1が更に好ましい。

【0027】本発明の毛髪化粧料には、上記成分以外に、必要に応じて、(a)成分以外の陽イオン界面活性剤や陰イオン界面活性剤、非イオン界面活性剤、両性界面活性剤等の界面活性剤、炭化水素、ラノリン誘導体、高級脂肪酸エステル類、高級脂肪酸類、油脂類、グリセリン、保湿剤、カチオン性ポリマー、多糖類、ポリペプタイン、パール化剤、溶剤、液晶形成基剤、芳香族スルホン酸類、色素、香料、噴射剤、キレート剤、pH調整剤、防腐剤、抗フケ剤等を本発明の目的を損なわない範囲内で適宜配合することができる。これらの成分は、それぞれが有する性質を考慮して、1種又は2種以上を組合わせて配合することができる。

【0028】本発明の毛髪化粧料は、水溶液、エタノール溶液、エマルション、サスペンション、ゲル、液晶、固形、エアゾール等の所望の剤型にすることができる。

【0029】本発明の毛髪化粧料は、ヘアリンス、ヘアコンディショナー、ヘアトリートメント、ヘアパック、ヘアクリーム、コンディショニングムース、ヘアムース、ヘアスプレー、シャンプー、リープオントリートメント等に用いることができる。

【0030】

【発明の効果】本発明の毛髪化粧料は、生分解性に優れる陽イオン界面活性剤を含有しているので、通常の陽イオン界面活性剤を用いた毛髪化粧料に比べて対環境性にも優れ、また毛髪に対しても良好な柔軟性、平滑性、しっとり感及びさらさら感といった感触を付与することができる。

【0031】

【実施例】実施例1

表1に示す陽イオン界面活性剤1~4、又は比較のために表2に示す従来の陽イオン界面活性剤を用い、表2に示す組成のヘアリンス剤(本発明品1~4及び比較品1~4)を常法により製造した。これらのヘアリンス剤について、下記の方法により柔軟性等を官能評価した。結果を表2に示す。

【0032】また、本発明の陽イオン界面活性剤1及び

2、及び比較のセチルトリメチルアンモニウムクロライドについて、下記の方法で生分解性試験を行った。結果を図1に示す。

*【0033】

【表1】

*

陽イオン界面活性剤No.	(a) 成分の陽イオン界面活性剤
1	$\text{C}_{15}\text{H}_{31}\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\overset{\substack{\text{CH}_3 \\ \\ \text{+}}}{{\text{N}}}-\text{CH}_3 \text{Cl}^-$ CH_3
2	$\text{C}_{15}\text{H}_{31}\text{COOCH}_2\text{CH}_2-\overset{\substack{\text{CH}_3 \\ \\ \text{+}}}{{\text{N}}}-\text{CH}_3 \text{Cl}^-$ CH_3
3	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COOCH}_2\text{CH}_2-\overset{\substack{\text{CH}_3 \\ \\ \text{+}}}{{\text{N}}}-\text{CH}_3 \text{Cl}^-$ CH_3
4	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COOCH}_2\text{CH}_2-\overset{\substack{\text{CH}_3 \\ \\ \text{+}}}{{\text{N}}}-\text{C}_2\text{H}_5 \text{C}_2\text{H}_5\text{SO}_4^-$ CH_3

【0034】<評価方法>コールドバーマ等の化学処理をしたことのない日本人女性の毛髪20g（長さ20cm、平均直径60μm）を束ね、陰イオン界面活性剤を主体とする市販のシャンプーを用いて洗浄した。その後ヘアリング剤2.0gを均一に塗布し、30秒間40℃の流水ですすいだ。このすすぎ時の毛髪の柔軟性、平滑性と、タオルドライ後、ドライヤーで十分に乾燥させた後の乾燥時のしっとり感、さらさら感について下記の基準に従って評価した。

◎：非常に良好、○：良好、×：不良

<生分解性試験方法>OECDテストガイドライン301C
準拠法（クロロメータ法）、被験物質:15mg/L、処理場汚泥:50.0mg/L、試験期間: 7日間

30 図1の生分解性試験の結果から明らかな様に、本発明の陽イオン界面活性剤は良好な生分解性を有していたが、従来用いられていたセチルトリメチルアンモニウムクロライドは、生分解性が劣っていた。

【0035】

【表2】

		本発明品				比較品			
		1	2	3	4	1	2	3	4
ヘアリンス割組成 (重量%)	陽イオン界面活性剤1	1.5				1.5			
	陽イオン界面活性剤2		1.5						
	陽イオン界面活性剤3			1.5			1.5		
	陽イオン界面活性剤4				1.5				
	ステアリルトリノキシモニウムクロライド							1.5	
	ジセチルジメチルアンモニウムクロライド								1.5
	セチルアルコール	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5	3.5
	ジメチルポリシロキサン (平均分子量9000)	2	2	2	2			2	2
	クエン酸	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
精製水		バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス
評価結果	湿潤時	柔軟性	◎	◎	◎	◎	◎	○	○
		平滑性	◎	◎	◎	○	○	○	○
	乾燥後	しっとり感	○	○	○	○	○	○	○
		さらさら感	○	○	○	×	×	○	○

【0036】実施例2

下記組成のヘアリンス剤を製造した。

陽イオン界面活性剤1	1.0 重量%
セチルアルコール	3.0 重量%
ジメチルポリシロキサン (平均分子量9000)	3.0 重量%
ポリエーテル変性シリコーン	1.0 重量%
パルミチン酸イソプロピル	0.5 重量%
プロピレングリコール	3.0 重量%
ジエチレングリコールモノエチルエーテル	1.0 重量%
50%クエン酸水溶液	0.06 重量%
香料、メチルパラベン	適量
精製水	バランス

このリンスは、湿潤時、乾燥後とも良好な感触を示した。

40 【0037】実施例3

下記組成のヘアリンス剤を製造した。

陽イオン界面活性剤2	3.0 重量%
セチルアルコール	3.5 重量%
ジメチルポリシロキサン (平均分子量9000)	2.5 重量%
パルミチン酸	0.2 重量%
パルミチン酸イソプロピル	0.5 重量%
ペンタエリスリトールイソステアリルグリシジルエーテル	0.5 重量%
ジエチレングリコールモノブチルエーテル	5.0 重量%
50%クエン酸水溶液	0.06 重量%
香料、メチルパラベン	適量

II
精製水

このリンスは、湿潤時、乾燥後とも良好な感触を示した。

陽イオン界面活性剤4	5.0 重量%
セチルアルコール	0.5 重量%
ジメチルポリシロキサン（平均分子量9000）	5.0 重量%
ポリオキシエチレンラウリルエーテル (エチレンオキサイド平均付加モル数=15)	10.0 重量%
ラウロイルジエタノールアミド	1.0 重量%
ポリオキシエチレンラウリルエーテルスルホカク酸 エステル2Na（エチレンオキサイド平均付加モル数=3）	4.0 重量%
カチオン化セルロース	0.5 重量%
プロピレングリコール	0.5 重量%
エチレングリコールジステアレート	2.0 重量%
50%クエン酸水溶液	0.6 重量%
香料、メチルパラベン	適量
精製水	バランス

このコンディショニングシャンプーは、湿潤時、乾燥後

とも良好な感触を示した。

* 【0038】実施例4

* 下記組成のコンディショニングシャンプーを製造した。

陽イオン界面活性剤4	5.0 重量%
セチルアルコール	0.5 重量%
ジメチルポリシロキサン（平均分子量9000）	5.0 重量%
モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン (エチレンオキサイド平均付加モル数=20)	0.5 重量%
ベヘン酸	1.0 重量%
ジプロピレングリコール	6.0 重量%
グリセリン	10.0 重量%
50%クエン酸水溶液	0.6 重量%
香料、メチルパラベン	適量
精製水	バランス

* 【0039】実施例5

* 下記組成のヘアトリートメントを製造した。

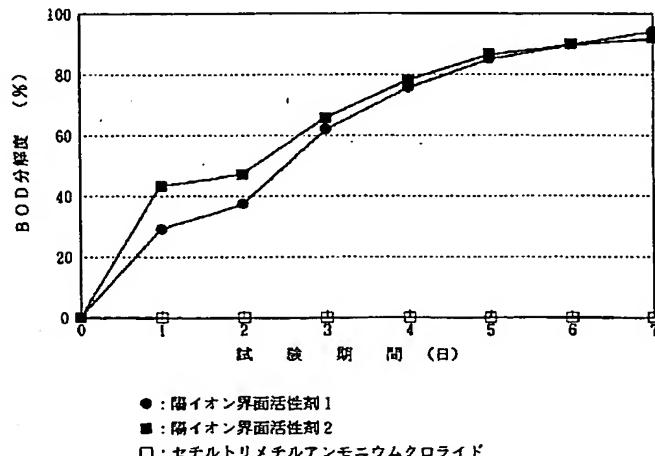
陽イオン界面活性剤4	8.0 重量%
セチルアルコール	7.0 重量%
ジメチルポリシロキサン（平均分子量9000）	5.0 重量%
モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン (エチレンオキサイド平均付加モル数=20)	0.5 重量%
ベヘン酸	1.0 重量%
ジプロピレングリコール	6.0 重量%
グリセリン	10.0 重量%
50%クエン酸水溶液	0.6 重量%
香料、メチルパラベン	適量
精製水	バランス

このヘアトリートメントは、湿潤時、乾燥後とも良好な感触を示した。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の陽イオン界面活性剤1及び2、及び比較のセチルトリメチルアンモニウムクロライドの生分解性試験結果を示すグラフである。

【図1】



フロントページの続き

(72) 発明者 西山 直宏
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内

(72) 発明者 山根 英史
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内

(72) 発明者 福原 和久
東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会
社研究所内

(72) 発明者 鬼塚 聰
東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会
社研究所内

F ターム (参考) 4C083 AC061 AC072 AC102 AC122
AC182 AC242 AC352 AC392
AC442 AC482 AC642 AC691
AC692 AC792 AD042 AD132
AD151 AD152 AD162 CC33
CC38 CC39 DD31 EE06 EE07
4H003 AE06 BA12 DA02 EB04 EB06
EB08 EB09 EB37 ED02 FA03
FA21

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER: _____**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.